

特許法第17条の2の規定による補正の掲載

昭和49年特許願第70741号(特開昭
50-82/43号 昭和50年7月3日
発行公開特許公報50-822号掲載)につ
いては特許法第17条の2の規定による補正があっ
たので下記のとおり掲載する。

Int.Cl.	識別 記号	序内整理番号
C08L 31/00		7823 4J
33/00		7133 4J
C08J 9/00		7365 4F

手 続 補 正 書

昭和56年6月17日

特許庁長官殿

1. 事件の表示

昭和49年特許願第70741号

2. 発明の名称

高 分 子 電 解 質 組 成 物

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所
氏 名
(名 称)

ザ、ダウ、ケミカル、コンパニー

4. 代 理 人

居 所

〒100 東京都千代田区大手町二丁目2番1号
新 大 手 町 ビ ル デ ィ ン グ 3 3 1
電 話 (211) 3 6 5 1 (代 表)
氏 名 (6669) 浅 村 皓

5. 補正命令の日付

昭和 年 月 日

6. 補正により増減する発明の数 11

7. 補正の対象

明細書の特許請求の範囲の欄

発明の詳細な説明の欄

8. 補正の内容 別紙のとおり

9. 添付書類の目録 同時に出願審査請求書を提出してあります。

- (1) 特許請求の範囲の欄を別紙の如く訂正する。
- (2) 明細書6頁7行「程度」を『速度』に訂正する。
- (3) 同10頁8行「分子」を『単位』に訂正する。
- (4) 同26頁1行「可塑」の後に『剤』を加入する。
- (5) 同28頁13行「重量」を『量』に訂正する。
- (6) 同34頁10行「V」を『IV』に訂正する。
- (7) 同35頁13行「重量」の前に『2』を加入する。
- (8) 同36頁19行「メタクリル酸」を『メタクリル酸』に訂正する。
- (9) 同44頁15行「の方法」の前に『59』を加入する。
- (10) 同46頁14行「triton」を『Triton』に訂正する。
- (11) 同52頁6行の次行に以下の文を加入する。
『本発明は次の態様を包含する。』
- (1) 高分子電解質を基準にして10重量%ないし

- 50重量%の可溶性可塑剤をも包含する特許請求の範囲第(1)項に記載の組成物。
- (2) 前記の交叉結合剤がポリハロアルカノール、両性サルホニウム、ハロエポキシアルカン、ポリグリシジルエーテル、ビスフェノール-A-エピクロルヒドリンエポキシ樹脂、またはその混合物である特許請求の範囲第(1)項に記載の組成物または同第(2)項に記載の方法。
- (3) カーボキシル高分子電解質が部分的に鹼化されたポリアクリレート溶液である特許請求の範囲第(1)項に記載の組成物または同第(2)項に記載の方法。
- (4) b)段階において溶液を不浸透性基質上に拡げそして交叉結合した高分子電解質フィルムをその基質から分離する追加段階を含んでフィルムが形成される特許請求の範囲第(2)項に記載の方法。
- (5) フィルムを分解して薄片、細片またはその粉末を形成させるそれ以上の段階を含む上記第(4)項に記載の方法。
- (6) 特許請求の範囲第(2)項に記載する方法によって生成される水膨潤性フィルム。

- 7) 特許請求の範囲第(2)項に記載する方法によつて生成される水膨潤性被覆を有する物品。
- 8) その物品が天然または合成の繊維状基質を有する上記第(7)項に記載の物品。
- 9) その物品が発泡したポリマーである上記第(7)項に記載の物品。
- 10) b)段階において低級アルキルケトンまたは塩素化炭化水素からなる浴中にその溶液を押し出して押出された繊維を形成し、押出された繊維を浴から分離して繊維が形成される特許請求の範囲第(2)項に記載の方法。
- 11) 特許請求の範囲第(2)項に記載する方法によつて生成される水膨潤性繊維。】

2. 特許請求の範囲

- (1) 1) 溶剤の量を基準にして5ないし60重量%のカーバキシル高分子電解質またはその混合物、
- 2) 高分子電解質を基準にして少なくとも0.1重量%のカーバキシルレート基と反応性の可溶性交叉結合剤、および
- 3) 水、低級アルコール、およびその混合物を含むことを特徴とする水膨潤性物品形成に有用なカーバキシル合成高分子電解質組成物。
- (2) a) 溶剤の量を基準にして5ないし60重量%のカーバキシル高分子電解質またはその混合物、高分子電解質を基準にして少なくとも0.1重量%のカーバキシルレート基と反応性の可溶性交叉結合剤、および水、低級アルコール、およびその混合物を含む溶液を造り、
- b) その溶液から被覆または繊維を形成し、そして
- c) そのような被覆または繊維を加熱してその高分子電解質を交叉結合させそして過剰溶剤

を除去する

段階を特徴とする水膨潤性高分子電解質被覆フィルムまたは繊維を造る方法。



優先権	第一国の国名	第一国の出願日	出願番号
主張	アメリカ合衆国	1973年6月20日	第371909号
		19年 月 日第	号
		19年 月 日第	号

(¥2,000) 特許願 (特許法第38条ただし書)
 特許庁長官 殿 昭和49年6月20日

1. 発明の名称
 コウブレンデンガイシソノセイブツ
 高分子電解質組成物
2. 特許請求の範囲に記載された発明の数 13
3. 発明者
 アメリカ合衆国テキサス州レーク ジャックソン、
 居 所 サザン オークス ドライブ 414
 氏 名 ジェームズ、リチャード、グロス (ほか 名)
4. 特許出願人
 住 所 アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド、
 アポット ロード 2030
 名 称 ザ、ダウ、ケミカル、コンパニー
 (代表者) ウィリアム、ミラー、イブ
 国 籍 アメリカ合衆国
5. 代 理 人
 居 所 〒100 東京都千代田区大手町二丁目2番1号
 新大手町ビルディング331
 電 話 (211) 3651 (代 表)
 氏 名 (6669) 弁理士 浅 村 皓 (ほか3名)

明 細 書

1. 発明の名称
 高分子電解質組成物
2. 特許請求の範囲
 - (1) 1) 溶剤の量を基準にして5ないし60重量%のカーボキシル高分子電解質またはその混合物、
 - 2) 高分子電解質を基準にして少なくとも0.1重量%のカーボキシレート基と反応性の可溶性交叉結合剤、および
 - 3) 水、低級アルコール、およびその混合物を含むことを特徴とする水膨潤性物品形成に有用なカーボキシル合成高分子電解質組成物。
 - (2) 高分子電解質を基準にして10重量%ないし50重量%の可溶性可塑剤をも含有する上記第(1)項に記載の組成物。
 - (3) a) 溶剤の量を基準にして5ないし60重量%のカーボキシル高分子電解質またはその混合物、高分子電解質を基準にして少なくとも0.1重量%のカーボキシレート基と反応性の

① 日本国特許庁
 公開特許公報

- ①特開昭 50-82143
- ④3公開日 昭50.(1975) 7. 3
- ②1特願昭 49-70741
- ②2出願日 昭49.(1974) 6. 20
- 審査請求 未請求 (全14頁)

庁内整理番号 7202 48
 6843 48 6692 48
 6692 48
 7438 48

⑤2日本分類

250A12
 250C111.213
 250C14
 250C15
 250A29

⑤1 Int. Cl²

C08L 31/00
 C08L 33/00
 C08J 9/00

- 可溶性交叉結合剤、および水、低級アルコール、およびその混合物を含む溶液を造り、
- b) その溶液から被覆または繊維を形成し、そして
 - c) そのような被覆または繊維を加熱してその高分子電解質を交叉結合させそして過剰溶剤を除去する
- 段階を特徴とする水膨潤性高分子電解質被覆フィルムまたは繊維を造る方法。
- (4) 前記の交叉結合剤がポリハロアルカノール、両性サルホニウム、ヘロエポキシアルカン、ポリグリシジルエーテル、ビスフェノール-A-エピクロルヒドリンエポキシ樹脂、またはその混合物である上記第(1)項に記載の組成物または第(3)項に記載の方法。
 - (5) カーボキシル高分子電解質が部分的に酸化されたポリアクリレート溶液である上記第(1)項に記載の組成物または第(3)項に記載の方法。
 - (6) b) 段階において溶液を不浸透性基質上に拡げそして交叉結合した高分子電解質フィルムをその

基質から分離する追加段階を含んでフィルムが形成される上記第(3)項に記載の方法。

(7) フィルムを分解して薄片、細片またはその粉末を形成させるそれ以上の段階を含む上記第(6)項に記載の方法。

(8) 上記第(3)項に記載する方法によつて生成される水膨潤性フィルム。

(9) 上記第(3)項に記載する方法によつて生成される水膨潤性被覆を有する物品。

(10) その物品が天然または合成の繊維状物質を有する上記第(9)項に記載の物品。

(11) その物品が発泡したポリマーである上記第(9)項に記載の物品。

(12) a) 段階において低級アルキルケトンまたは塩素化炭化水素からなる溶中にその溶液を押し出して押出された繊維を形成し、押出された繊維を浴から分離して繊維が形成される上記第(3)項に記載の方法。

(13) 上記第(3)項に記載する方法によつて生成される水膨潤性繊維。

(1) 溶剤を基準にして5ないし60重量％(望ましくは15ないし40重量％)のカーボキシル高分子電解質；(2) 高分子電解質を基準にして少なくとも0.1重量％(望ましくは10重量％より多くない量)のカーボキシルレート基と反応性の交叉結合剤；および(3) 低級アルコール、水、またはそれらの混合物の溶剤を含むことにより特徴づけられる。これらの交叉結合剤の例はポリハロアルカノール、両性スルホニウム、ハロエポキシアルケン、ポリグリシジルエーテル、ビスフェノールA-エピクロルヒドリンエポキシ樹脂およびそれらの混合物である。

フィルムまたは繊維を造るようなある種の場合には、セルロースエーテル、セルロースエステル、アルキレングリコール、グリセリンおよびそれらの混合物のような可塑剤を、高分子電解質基準で10ないし50重量％(望ましくは15ないし25重量％)組成物中に含むことが望ましい。

本発明はさらに分離したフィルム、吸収剤物品、粒状物、繊維および各種の基材上で上記の組成物

3. 発明の詳細な説明

本発明はカーボキシル型合成高分子電解質の水膨潤性物品を形成するのに有用な組成物に関するものである。

米国特許第3,669,103号および第3,670,731号から交叉結合をした重合体状吸収剤はたわみ性支持物の間に挟んで使い捨て用おしめまたは手当用品を得ることが可能なことは既知のことである。

さらに第2,988,539号、第3,393,168号、第3,514,419および第3,357,067号から水膨潤性交叉結合をしたカーボキシルコポリマーを造り得ることが知られている。しかしながら、これらの先行技術のコポリマーは共重合中に総て交叉結合するかまたは重合後引続くカルボン酸基を中和する水膨潤性高分子電解質の形成で交叉結合しそして従つてこれらの先行技術の高分子電解質は基質上の被覆としてまたはそのたわみ性フィルムとなつてその場で交叉結合させることは不可能である。

本発明はカーボキシル型合成高分子電解質の水膨潤性物品を形成するのに有用な組成物から成り、

が30℃より高い温度、そして望ましくは90℃ないし約150℃に加熱されるこれらの方法からの生成物を造る方法を含む。これらの高温の使用は高分子電解質の交叉結合および乾燥の促進に有利である。しかしながら、もしも希望するならば、熱の利用を省くことは可能である。

吸収剤物品の極めて高い製造程度を得るためには、高分子電解質溶液中の水の大部分をメタノールまたはエタノールのような低級アルコールで置き替えることが望ましいであろう。この置換により与えられる固体分においてより低い溶液粘度が得られそして乾燥を促進する。

本発明の最終製品は従つて水膨潤性でありそして水性溶液を吸収する必要がある場合はいつでも役に立つ。種々の利用例は外科用スポンジ、月経用タンポン、おしめ、肉用盆、紙タオル、使い捨て出入口マント、使い捨て浴室マットおよび家庭愛玩動物用使い捨て寝床である。

本発明に有用なカーボキシル型合成高分子電解質の例はアクリルまたはメタクリル酸のホモポリマー

マーおよび1つまたはそれ以上のエチレン系不飽和モノマーのアンモニウムまたはアルカリ金属の塩である。唯一の制限は、本発明に従つた高圧に吸収性ポリマーの製造に有用なコポリマーは、いずれもその塩の形では本質的に水溶性でなければならないことである。無水マレイン酸およびマレインならびにフマル酸およびエステルの代替コポリマーは適当な塩基によつて水溶性にならしめた場合には有用である。遊離基付加共重合の技術に練達した人はそれらを水溶性ならしめるための十分なカーボキシレート官能性を含み従つて本発明に有用な適当なヘテロポリマーをいくらかでも造りうるであろう。

容易に入手しうるモノマーから造り得てそしてそれらの塩の形に変化させることが可能な適用しうるカーボキシルポリマーの一覧表は次のようである：

アクリル酸-アクリレートコポリマー
アクリル酸-アクリルアミドコポリマー
アクリル酸-オレフィンコポリマー

して高分子電解質物品を高湿度に対して極めて敏感にすることである。

例えば、もしも^{ポリ}アクリレートがアルカリ性エス²字加¹⁰テル加水分解を通してそれに対応するアクリレートおよびアクリル酸塩のコポリマーに転換されるときは約80%またはそれ以上のアクリレート単位(mer)はポリマーが水溶性になる前に転換されなければならない。これはポリマー粒子に対し外側からのアルカリの攻撃のせいであつて、その際外側のポリマー分子は粒子の内部におけるもの以上にエステル加水分解によつてより多く変えられる。すべてのポリマーを可溶性にするために必要な高圧の加水分解において、結果として生じるポリマーはポリアクリレートに対するよりもポリアクリル酸の塩に対してより類似する。当初のポリアクリレートの柔軟さは塩のガラス状の脆さによつて置き換えられている。この脆さは水膨潤性(吸収剤)物品には甚だ好ましくない。

上に開示した種類の高分子電解質、即ちポリアクリレートを下記の方法で予め処理することによ

ポリアクリル酸

アクリル酸-芳香族ビニルコポリマー

アクリル酸-スチレンスルホン酸コポリマー

アクリル酸-ビニルエーテルコポリマー

アクリル酸-ビニルアセテートコポリマー

アクリル酸-ビニルアルコールコポリマー

メタクリル酸と上記のコモノマーの総てとのコポリマー

マレイン酸、フマル酸およびそれらのエステルと上記コモノマーの総てとのコポリマー

無水マレイン酸と上記コモノマーの総てとのコポリマー

もしも希望するならば、上述の高分子電解質は不活性有機溶剤中で SO_2 、クロルスルホン酸または発煙硫酸との処理によつてスルホン化することが可能である。

上に示したように多くの場合高分子電解質溶液に可塑剤を添加してフィルムまたは注形物を柔かくすることが望ましいであろう。可塑剤使用の欠点は多くの有効な可塑剤はまた湿潤剤でもありそ

り、柔軟でそして従つて可塑剤の使用を必要としない被覆およびその他の高圧に水を吸収する物品の形成が可能であることがさらに見出された。

高分子電解質の望ましい種類はポリマー鎖中のアルキルアクリレートの単位の部分的酸化によつて予め処理されたポリアクリレートである。このように、従つて、30ないし70重量%のアルキルアクリレート分子がポリマー中にそのまま手がつかずに残されている場合には、部分的に酸化したポリアクリレート溶液から形成された交叉結合物品はグリセリンのような特別の水-溶解性可塑剤を添加しなくても軟かくそしてたわみ性である。

この望ましい方式においては、最終製品が造られる前に、そのポリアクリレートはアルキルアクリレートまたはそれらとアルキルメタクリレートの混合物がアルカリ金属水酸化物溶液と部分的に酸化されて造られる。一般に、このポリアクリレートを造る方法は水性アルカリ金属水酸化物溶液中に

(1) アルキル基が1-10個の炭素原子を有す

るアルキルアクリレート、アルキル基が4-10個の炭素原子を有するアルキルメタクリレート、またはそれらの混合物の30ないし92重量%、

(2) 8ないし70重量%のオレフィン系不飽和カルボン酸、および

(3) 0ないし15重量%の1-4個の炭素原子をヒドロキシアルキル基中に有するω-ヒドロキシ-アルキルアクリレート

から成るポリアクリレートを溶解させて30ないし70重量%のアルカリ金属カーボキシレートを有するポリアクリレート溶液を形成させそしてこの溶液を酸化が完了するまで加熱する各段階によつて特徴づけられる。交叉結合剤は次いでここに開示されたようにしてこのポリアクリレートに添加される。

このアルカリ可溶性ポリアクリレートは乳化、懸濁、塊、または溶液重合技法のような既知の技法によつて造ることが可能である。

15ないし60重量%の不揮発性ポリマー固体

を有するアルカリ-溶解性ラテックスの使用が最も望ましい。

有用なアルキルアクリレートの例はメチルアクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、ヘキシルアクリレートおよびこれに類するものである。有用なアルキルメタクリレートの例はブチルメタクリレート、ヘキシルメタクリレート、オクチルメタクリレート、デシルメタクリレートおよびこれに類するものである。

有用なオメガヒドロキシアルキルアクリレートの例は2-ヒドロキシエチルアクリレート、ヒドロキシメチルアクリレート、3-ヒドロキシプロピルアクリレートおよび4-ヒドロキシブチルアクリレートである。

前述のポリアクリレートは次いで水性アルカリ金属水酸化物溶液中に溶解される。一般に使用される水酸化物溶液の当量は重合したモノマーのモル濃度を基準にして30ないし70%であつてそして望ましい量は約40ないし約55%である。何れにしても、添加される水酸化物溶液の量はア

クリレートエステルの若干をアルカリ金属カーボキシレートに転換または酸化しそして使用されたポリアクリレートのカーボキシル基を中和してアルカリ金属カーボキシレートにするのに十分であつてそれによつて転換されたポリアクリレートは30ないし70重量%のアルカリ金属カーボキシレートを有することになる。

本発明に使用されるオレフィン系不飽和カルボン酸はモノまたはポリカルボン酸が可能である。

モノ-オレフィンのモノカルボン酸の例はアクリル、メタクリル、クロトン、イソクロトン、アングリカ、チグリン、セネシオ酸またはそれらの混合物である。

モノ-オレフィンのポリカルボン酸の例はマレイン、フマル、イタコン、アコニツト、テラコン、シトラコン、メサコン、グルタコン酸である。

本発明に有用な交叉結合剤の実例には1,3-ジクロロイソプロパノール；1,3-ジブロムイソプロパノールのようなポリハロアルカノール；ノボラック樹脂のテトラヒドロチオフェン付加物

のような両性サルホニウム（米国特許第3,660,451号中に開示されたような）；エビクロルヒドリン、エビプロムヒドリン、α-メチルエビクロルヒドリン、およびエビヨードヒドリンのようなハロエボキシアルカン；1,4-ブタンジオールジグリシジルエーテル、グリセリン-1,3-ジグリシジルエーテル、エチレングリコールジグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、ジエチレングリコールジグリシジルエーテル、ネオペンチルグリコールジグリシジルエーテル、約175ないし約380の範囲のエボキシ当量を有するポリプロピレングリコールグリシジルエーテル、約182ないし約975の範囲のエボキシ当量を有するビスフェノールAエビクロルヒドリンエボキシ樹脂および前述のものの混合物がある。

前述の交叉結合剤の官能基の2つまたはそれ以上を含む化合物は同様に有用であることが期待されるであらうし、高分子電解質溶液の加熱または乾燥において遭遇する条件下でこれらの官能基を

第 I 表

親核置換における脱離基

(R' = アルキルまたはアリール)

脱離基	基 質
OL^-	塩化アルキル $R-OL$
Br^-	臭化アルキル $R-Br$
I^-	ヨ化アルキル $R-I$
HO^-	アルコール $R-OH$
RO^-	エーテル ROR , $\begin{array}{c} O \\ \diagup \quad \diagdown \\ R \quad R \end{array}$
$\begin{array}{c} O \\ \\ R' C-O^- \end{array}$	エステル、 $R-OC(=O)R'$
$-OSO_2R'$	アルキルサルホネート $R-OSO_2R'$
$-OSO_2L$	アルキルクロルサルファイト $ROSOC_2L$
$-OPC_2L_2$	アルキルクロルホスファイト $R-OPC_2L_2$
$-OPBr_2$	アルキルプロモホスファイト $R-OPBr_2$
$-OSOR'$	アルキルサルフィナイト $ROSOR'$
NH_3	テトラアルキルアンモニウムイオン $R-N^+R_3$
N_3^-	アルキルシアザニウムイオン $R-N^+ \equiv N$
SR_2	トリアルキルサルホニウムイオン $R-S^+R_2$

第 II 表には本発明において交叉結合剤として使

形成するであらう前駆体も同様である。

本発明において可溶性高分子電解質を不溶性であるがしかし水膨潤性ポリマーに変化させるのに使用される交叉結合技法は飽和炭素上への親核置換として知られている。

高分子電解質上のカーボキシレートイオンは交叉結合剤が親核攻撃に対する基質であるにかかわらず親核物質として働く。典型的脱離 (leaving group) 基とその対応基質は次表に表示される。同一基質上のこれら脱離基の何れか 2 つまたはそれ以上の組合はせはポリカーボキシレートに対して交叉結合剤として働くことが可能である。

用される数個の典型的化合物および本発明に従った不溶性であるがしかし高度に膨潤性的高分子電解質を得るための使用可能限度を表示する。一度不溶性に到達すると交叉結合剤のより高い水準は水性媒質中で膨潤してより引締つた、不安定さの少ないゲルだがより低い実効吸収力のポリマーを与える。

第 II 表

ポリカーボキシレートに対する交叉結合剤

交叉結合剤	(高分子電解質の重量%) 混入水準
1, 3-ジクロロインプロパノール	1-10%
エビプロムヒドリン	0.5-10%
エビクロルヒドリン	1-10%
グリセリンジグリシジルエーテル	0.10-45%
ノボラックサルホニウムイオン	1-10%

親核置換の速度は濃度に関係がありそして本発明における要素である。組成物中で、交叉結合剤の濃度が極めて低い場合には、反応速度は全く遅

くなる (ゲル化前のポット寿命は 10-48 時間)。一度この組成物が基質表面に適用されそして溶剤の蒸発が始まると、交叉結合速度は促進される。この時点で熱を加えると反応速度はそれ以上に増加する。

もしも始めの組成物によつて加熱、熱成、または過剰の交叉結合剤により交叉結合反応を進めた場合には本発明の収収物品は加工不可能であらう。その組成物は漸進的により粘糊にそして粘質になり遂にそれは拡げ、吹き付けまたは紡糸が不可能な連続的ゲルを形成する。

本発明において有用な可塑剤の例はメチルセルロース、エチルセルロース、およびこれに類するもののようセルロースエーテル；酢酸セルロース、酪酸セルロースおよびこれに類するもののようセルロースエステル；エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、およびこれに類するもののようアルキレングリコール；グリセリン、ジグリセリン (2, 3-ジヒドロキシプロピルエーテル)、トリグリセリン、

およびテトラグリセリンのようなグリセリン；平均分子量約200ないし約400を有するポリエチレングリコールがある。

本発明によつて水膨潤性フィルムを造る望ましい方法においては、上記の高分子電解質組成物を平な板あるいは金属、プラスチック、またはその他の不透水性基質のローラーの上に拡げそして30℃より高い温度に加熱して高分子電解質を交叉結合させそして過剰の水および/またはアルコールを追い出す。そのフィルムは次いで板またはローラーから引き取り器によつて剥がして完全なフィルムを回収し引続く貯蔵または使用に供える。

ある場合には少量の界面活性剤を高分子電解質組成物に添加して流れやすくしそして連続フィルムを水不透水性基質から取外すのを助けることが望まれる。界面活性剤使用の二次的な利点は乾燥している吸収剤フィルム最終製品のぬれやすさを増加することである。アニオン性または非イオン性界面活性剤の何れも使用可能である。有用な界面活性剤の例はアルキルスルホン酸ナトリウムお

よびアルキル化フェノールの硫酸エチレン誘導体およびこれに類するものである。

同様に、吸収剤物品が造られるときには、基質になるべき物品はこの組成物で被覆され次いで被覆物は交叉結合される。本発明の目的に対して被覆段階は完全な被覆または断続的被覆を意味することはいうまでもない。従つて繊維系中入れ紙、紙、織つたまたは不織の布およびこれに類するもののような繊維状基質が基質として使われる際には、この組成物は断続的に、即ち大きな点、四角、または格子の線に適用して繊維質基質の固有の柔軟性を保ちそして同時にその水吸収性を広く改良することが可能である。この場合には可塑剤は不必である。木材パルプは高分子電解質組成物中にスラリーにして引き続きふくらませながら被覆することが可能である。

もしも希望するならば、上記のようにして造つた水膨潤性フィルムはそれ自身で赤ん坊のおしめの内面吸収層として使用が可能である。このフィルムは薄片、細長片または粉末に分解することが

しばしば有利である。これはフィルムをハンマーミル、配合機またはこれに類するものの中で破砕しまたは粉砕することにより完成される。もしも長い平な細片を要するときには、適当な薄切器によつてフィルムを幅広く薄切りにすることが可能である。

ある場合には、水膨潤性繊維が希望される。これらは上記の高分子電解質をアセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトンおよびこれに類するもののような低級アルキルケトンから成る溶中に押出して造ることが可能である。アルコール性組成物は塩素化炭化水素、即ち塩化メチレン、パークロルエチレンおよびこれに類するもののような非水性溶剤中に押出すことが可能である。この軟かい押出された繊維は次いで3本または5本ロールクラスター(cluster)のような何等か都合のよい手段によつて溶から取出しそして約30℃より高くそして望ましくは約70℃ないし約150℃の範囲内の温度に加熱した室を通して運び高分子電解質繊維を乾燥しそして交叉結合させ

る。

交叉結合した高分子電解質の吸収力(高分子電解質1gにつきゲル化した溶液のg数)は甘成尿(0.27N塩化ナトリウム溶液)を使用し次の方法で決定する。

交叉結合をした高分子電解質の試料0.5gを計量して250mlのビーカーに入れ、0.27N塩化ナトリウム溶液(150ml)をビーカーに注入しそして時々攪拌しながら室温において2時間浸けておく。次いで膨潤した高分子電解質を濾過して乗めそしてゲル容量をポリマー塩1gに対するゲル化溶液のg数として報告する。

次の実施例は単に説明のために与えられるものであつてこれによつて発明は制限されない。

実施例1

ポリ(イソブチレン-コ-無水マレイン酸)の二ナトリウム塩の溶液を脱イオン水で造つた。この溶液の14.7gに0.28g(8.7重量%固体)の1,5-ジクロルイソプロパノールを添加した。ラウリルスルホン酸ナトリウムの2%溶液の10

尚もその中に加えた。泡が無くなるまで40分間静置した後に、この溶液を清浄なポリエチレンシート上に25ミルの引き棒で扱げた。乾燥したときにフィルムはポリエチレンから分かれる。一晚乾燥した後もフィルムはなお水溶性である。60℃で30分の後にこのフィルムはそれ自身の重量の64倍の0.27N NaClを溶解せずに吸収する。100℃で1時間後に吸収力(ゲル容量)はフィルム1gにつき25gの0.27N NaClでこれは交叉結合反応が本質的に完了したことを示す。

実施例2

ポリ(イソブチレン-コ-マレイン酸二ナトリウム)の25%水溶液を造りそしてこの溶液10gを0.2g(8%)のエピブロムヒドリン、1mlの水、および2%のラウリルスルホン酸ナトリウム4滴と混合した。マイラー上にフィルムを伸ばし、マイラーシートからフィルムを剥がしそして100℃で2時間硬化させた。このフィルムは0.27N NaCl 溶液中5.6g/gの吸収力を与えた。

溶液に対して25cpsの粘度を有するメチルセルロース)を可塑剤として使用し実施例4を繰り返した。室温で一晩乾燥した後にフィルムは粒状であるがしかしたわみ性であつた。70℃で2時間硬化させた後にこのフィルムは33.6g/gの0.27N NaCl および22.6g/gの脱イオン水を吸収した。

実施例7

ポリ(イソブチレン-コ-アンモニウム-半アミドマレエート)の25%水溶液をグリセリンジグリシジエーテル(ポリマー基準で10重量%)、グリセリン(ポリマーの30重量%)、および2%ラウリルスルホン酸ナトリウムの10滴で処理した。マイラーシート上にフィルムを伸ばしそして室温で一晩静置した。このフィルムの0.27N NaCl 中の吸収力は10.2g/g溶液/gポリマーであつた。

実施例8-14

エピブロムヒドリンの代りに各種の量のグリセリンジグリシジエーテルを交叉結合剤としてそ

実施例3

わずかに0.05g(2%)のエピブロムヒドリンを使用して実施例2を繰り返した。このフィルムはそれ自身の重量の76倍の0.27N NaClを溶解せずに吸収した。

実施例4

Rohm and HaasのアクリゾルA-5(ポリアクリル酸、水中25%固体)を化学量論的量のNaOHで中和しそして10重量%のエピブロムヒドリンで処理しそしてマイラー上にフィルムを伸ばした。85℃で一晩乾燥した後にこのフィルムは0.27N NaCl 中で5.4g/gの吸収力を与えた。

実施例5

0.25g(10重量%固体)のエピクロルヒドリンを交叉結合剤に使用して実施例2を繰り返した。70℃で一晩乾燥した後にフィルムは0.27N NaCl 中で9.2g/gの吸収力を与えた。

実施例6

10重量%のグリセリンジグリシジエーテルおよび20重量%のMethocel[®] MC 25(2%水

でポリマー基準で30重量%のグリセリンを可塑剤として使用して実施例2を繰り返した。マイラーシート上にフィルムを伸ばしそして室温で一晩硬化させた。その結果は第Ⅲ表中に示す。

第Ⅲ表

実施例	グリセリンジグリシジエーテル 重量%ポリマー	0.27N NaCl 中のゲル容量、g/g
8	1	52
9	2	35
10	3	36
11	4	26
12	5	28
13	6	26
14	30	14

第Ⅲ表はハロアルカノールおよびハロエポキシドに比べてグリセリンジグリシジエーテルのより大きい活性(能率)を示す。高分子電解質を能率よく硬化するのにより少ない量を必要とするばかりでなくまた硬化は室温で起きる。

実施例15

purifloc® N-17 アクリルアミド-ナトリウム
アクリレート コポリマーの 8% 水溶液を 10 重量
部 (ポリマーの) のグリセリンジグリシジルエ
ーテル、2.5 重量部のグリセリン、1.5 滴の 2%
ラウリルスルホン酸ナトリウムで処理しそしてフ
イルムを形成させた。室温で一晩乾燥させそして
80°C の炉中で 30 分硬化させた後に、このフ
イルムは 0.27 N NaOH 中のゲル容量 1.5 g/g を
与えた。

実施例 16

10 g の 2.5% 固体ポリ (イソブチレン-マ
レイン酸二ナトリウム)、1.0 滴の 2% ラウリ
ルスルホン酸ナトリウム、および 0.05 g (2.0
%) のエピブROMヒドリンから成る水溶液で実験
室用紙タオルを被覆した。乾燥したときにこの被
覆は被覆されたタオルの全重量の 3.6% になった。
この被覆紙は脱イオン水中で 14.3 g/g タオル
の吸収力を有しこれに比べて未処理タオルは
2.54 g/g であった。

実施例 17

溶液に対し 1.73 cps) のアンモニウム-半アミ
ド塩を上記実施例 18 のように処理した。このフ
イルムは 0.27 N NaOH 中で 5.4 g/g フィルム
の吸収力を与えた。

実施例 20

わずかに 1 重量部ポリマーのグリセリンジグリシ
ジルエーテルを使用して実施例 19 を繰り返した。
室温で一晩硬化させた後このフィルムは 13.2 g
/g の 0.27 N NaOH を吸収した。

実施例 21

メチルビニルエーテル無水マレイン酸コポリマ
ー (OAF Gantrez AN169) の二ナトリウム塩を
1.5% 固体の水溶液に造りそして交叉結合剤とし
て 3.3% のグリセリンジグリシジルエーテルを使
用し実施例 18 のようにしてフィルムを造った。
室温で一晩硬化させた後にこのフィルムはそれ自
身の重量の 15.4 倍の 0.27 N NaOH を吸収した。

実施例 22

イソブチレン無水マレイン酸コポリマー (15.4
g、0.1 モル) を 200 ml のメチルアルコール中

にスラリーとしそして 1 ml のヒリジンを添加した。
この混合物を 50°C で 24 時間攪拌して透明溶液
を生じた。ポリマーを水中に沈殿させ、真空中で
乾燥しそして希薄苛性水溶液に溶かすとコポリマ
ーのメチル半エステルのナトリウム塩の 2.5% 溶
液を生じた。

実施例 18

エチレン-無水マレイン酸コポリマー (5% 水
溶液に対する粘度 8.2 cps) のアンモニウム-半
アミド塩を 2.5% の水溶液に造った。8.0 g のこ
の溶液に 0.7 g のグリセリン、0.05 g (2.5 重
量部固体) のグリセリンジグリシジルエーテル、
および 1.0 滴の 2% ラウリルスルホン酸ナトリウ
ムを配合した。この溶液をマイラーシート上に
1.5 ミル棒を使用して伸ばしそして室温で 2 日間
硬化させた。このフィルムは 1 g のフィルムにつ
き 1.6 g の 0.27 N NaOH の吸収を与えた。

実施例 19

スチレン-無水マレイン酸コポリマー (5% 水

溶液に対し 1.73 cps) のアンモニウム-半アミ
ド塩を上記実施例 18 のように処理した。このフ
イルムは 0.27 N NaOH 中で 5.4 g/g フィルム
の吸収力を与えた。

この溶液 10 g を 2.9 g (1.16 重量部) のグ
リセリンジグリシジルエーテルおよび 1.0 滴の 2
% ラウリルスルホン酸ナトリウムで処理をしそして
この溶液をマイラーシート上に 2.5 ミルの引き棒
で拡げてフィルムを造った。室温で一晩硬化させ
た後、このポリマーは不溶性となりそして 35.2
g/g の脱イオン水および 3.9 g/g の 0.27 N
NaOH を吸収した。

交叉結合水端を 1.7 g (0.68 重量部) に仕め
た場合には得られたフィルムは 55.6 g/g の希
釈塩溶液および 7.20 g/g の脱イオン水を吸収
した。この同一フィルムは 90°C の炉中に 30 分
間置いた後に 2.7 g/g の塩溶液を吸収したので
交叉結合反応は完了していなかったのである。

実施例 23

コポリマーの無水物の形のものを水酸化ナトリウムと水の計算量中に溶解させてポリ(インブチレン-マレイン酸二ナトリウム)の40%固体水溶液を造つた。20gのこの溶液を0.4g(5重量%ポリマー)のグリセリンジグリシエーテルと混和した。押出室(1/2"×2"パイプで底部に球弁および押出機先端として1/8"管の出口を有した)を充たしそしてドープ(dope)を垂直に12"の長さのアセトンの凝結浴中に押出した。単繊維を浴底部上に積みあげそして作業の終に引き出した。押出頂部を通して紡糸ドープを加圧するために25 psigの圧力下の窒素を使用した。

100℃で2時間乾燥した後に、繊維の吸収力を調べた。それは28g/gの合成尿(0.27N NaCl)および138g/gの脱イオン水を吸収した。

実施例 24

ポリ(インブチレン-マレイン酸二ナトリウム)をポリマー重量の25%のグリセリンおよび

2.5%グリセリンジグリシエーテルと共に調合した25%水溶液からマイラーシート上にフィルムを注形した。このフィルムを80℃で1時間硬化させそして次に部屋の中で50%関係湿度に平衡させた。このフィルムを1/8"の曲片に切り裂き次にこれを約2mm巾の平な繊維に切断した。この繊維はそれ自身の重量の14倍の合成尿およびそれ自身の重量の55倍の脱イオン水を急速に吸収した。

実施例 25

インブチレン無水マレイン酸コポリマーの二ナトリウム塩の25%固体水溶液を数滴の2%ラウリルスルホン酸ナトリウムおよび特許第3,660,431号の実施例3B中に開示したアリール両性サルホニウムのコポリマーの5重量%と共に混和した。

フィルムを形成しそして100℃で13時間乾燥させた。得たフィルムはそれ自身の重量の58倍の合成尿およびその重量の300倍の脱イオン水を吸収した。

実施例 26

ジナトリウムインブチレン/無水マレイン酸コポリマーと0.75重量%のグリセリンジグリシエーテルとの25%水溶液からフィルムを造つた。100℃で3時間硬化させた後にこのフィルムは72g/gの合成尿を吸収した。この乾燥フィルムを小片に粉碎すると同一吸収率を示しそして粉碎機中で磨砕して微粉末にするとこれは74g/g粉末の程度まで急速に合成尿を吸収した。

実施例 27-32

ポリ(アクリル酸メチル)のラテックスから水酸化ナトリウムを添加し水で希釈してポリ(アクリル酸ナトリウム-コ-アクリル酸メチル)、80%アクリル酸ナトリウムの7.5%水溶液を造つた。交叉結合剤としてグリセリンジグリシエーテルを種々の量で使用して、ガラス板上にフィルムを伸ばしそして炉中125℃で1時間硬化させた。その結果は第IV表中に示す。

実施例	第 IV 表	
	グリセリンジグリシエーテル重量%ポリマー	0.27N NaCl中のゲル容量、g/g
27	2.5	17
28	1.0	19
29	0.5	25
30	0.25	41
31	0.10	98
32	0.00	0, 溶解する

第IV表は、極めて少量の硬化剤を要したにもかかわらず、この高分子電解質を全然含まない場合にはそのフィルムを乾燥し加熱した後でさえ水膨潤性にならないことを示す。良く引縮つた水性ゲルのためには、少なくとも0.1重量%を要し、その正確な数量はポリマー、硬化、および最終用途によつて決まる。

実施例 33

ステレンスルホン酸ナトリウムとアクリル酸ナトリウムの90/10コポリマーの25%水溶液を、0.04重量%の $K_2S_2O_8$ (過硫酸加里)の存在下

でこのモノマー溶液を50℃で一晩加熱して造った。この溶液の8gを7.5% (3%) のグリセリンジグリシルエーテルと混合しそしてマイラー上にフィルムを注形した。空気中で2時間乾燥した後、このフィルムを取り上げそして90℃の炉中に1時間置いた。ゲル容量は4.5g/gの0.27N NaClであつた。

実施例 34

ポリアクリル酸 (Rohm and Haas Acrysol A-5) の2.5% 溶液を水酸化ナトリウムの1当量で処理しそして20% 固体にまで希めた。この溶液の10gを、ロータノール中D.E.R.[®] 736の5% 溶液800g、ポリマーに対して重量% のD.E.R.[®] 736、と混合した。D.E.R.[®] 736は175-205のE.E.N.を有する250分子量のポリプロピレングリコールのジグリシルエーテルである。クローム板の上にフィルムを注形し、3日間空気乾燥し次いで炉中150℃で2時間硬化させた。

この乾燥し硬化したフィルム (0.5g) を150

mlの0.27N NaCl 溶液中に分散させそして1時間浸漬させた後にこの膨潤したポリマーを150メッシュ網上に回収しそして計量した。このゲルは4.1gの重量でポリマー1gにつき8.2gの収収力であつた。

実施例 35

ポリ (エチレン-コ-マレイン酸モノブチル) Monsanto EMA 3122 の50% 水溶液を1当量の水酸化ナトリウムで処理しそして25% 固体にまで希めた。

この溶液を実施例 33 のようにして1.5% D.E.R.[®] 736と配合しそしてフィルムを造り試験した。収収力はポリマー1g当たり3.9gであつた。

実施例 36-44

次の組成を有する3混合物を造つた。

A 部分	B 部分	C 部分
600g 脱イオン水	437.5g アクリル酸エチル	175g 脱イオン水
0.75g Triton GR-5	77.2g メタクリル酸*	2.0g 亜硫酸ナトリウム
1.75g 過硫酸ナトリウム		

上の溶液の試料をD.E.R.[®] 736エポキシ樹脂と配合しそして磨いたクローム板上に25ミルの引き棒で注形した。空気乾燥後、このフィルムを板から取り上げそして150℃の炉中に2時間置いた。各種のフィルムの0.27N NaCl 中の収収力 (ゲル容量) は第V表中に示した。

第 V 表

実施例	重量% D.E.R. [®] 736	重量% アセトン*	収収力
36	0.15	0	57.4
37	0.2	0	36.2
38	0.25	0	34
39	0.25	20	37.4
40	0.5	20	28.2
41	1.0	20	19.5
42	5.0	20	6.4
43	5.0	0	10.4
44	10.0	0	7.2

* D.E.R.[®] 736 は始め2gのアセトンに溶かし次いで8gの2.5% ポリマー溶液中に分散さ

* ジオクソチルナトリウムサルホサクシネート。

A 部分を2g反応器に入れそして軽く攪拌を流しながら40℃に温めた。18mlのB部分をこの反応器に加え引き続きC部分の全量を加えた。温度を59-41℃に維持しながらB部分の残りをさらに2.5時間かけて添加した。このラテックスを次いで60℃で1.5時間蒸着し、30℃に冷却しそして瓶に貯えた。このラテックスは40.6重量%の不揮発分を含んでいた。

50% NaOH を547.9gの脱イオン水に溶かした187.16gの溶液をゆるく撹拌する中に上記ラテックス112.5gを25分かけて小滴に加えた。ポリマーが全部溶解した後、粘着液を50℃で22時間煮して完全に酸化させた。その結果得られた溶液 (25.4% 固体) は25℃におけるブルックフィールド粘度16,200 cps (No 5 スピンドル、10 rpm) を有した。このポリマーはモルで50%のアクリル酸エチルと残余はアクリル酸およびメタクリル酸ナトリウムであつた。

せる。

第 V 表は、本質的に水に不溶性のエポキシ樹脂の場合には、高水準の硬化剤で十分な交叉結合を得るためには共-溶剤またはアセトンのような担体が必要なることを説明する。極めて低い水準では、エポキシ樹脂単独を分散させて十分能率よく反応する。

実施例 45-52

D.E.R.[®] 661 (475-575 の範囲のエポキシ当量を有するビスフェノール A-エピクロロヒドリンエポキシ樹脂) の 20% 水性分散物を使用して実施例 36-44 の方法を繰り返した。このようにして造ったフィルムを同様の方法で試験した。その結果は第 VI 表中に示す。

第 VI 表

実施例	重量% D.E.R. [®] 661	重量% アセトン	吸収力
45	2.0	20	78
46	2.5	20	40.6
47	3.0	20	46.6
48	3.0	0	3.6
49	4.0	20	38.4
50	5.0	20	32.4
51	5.0	0	28.8
52	10.0	0	19.4

第 VI 表は固体の、水に不溶性エポキシ樹脂の性能を示す。共-溶剤なしでは樹脂粒の表面においてだけでこの樹脂と高分子電解質が反応しそして極めて効率がよくない。共-溶剤中で膨潤した後に、交叉結合能率は著しく改良される。

実施例 53-61

硬化剤としてネオペンチルグリコールのジグリシジルエーテルを使用して実施例 36-44 の方法を繰り返した。その結果は第 VII 表中に示す。

第 VII 表

実施例	重量% DGENG*	重量% アセトン	吸収力
53	0.15	0	80
54	0.20	0	40.6
55	0.25	0	47.6
56	0.5	20	31.4
57	1.0	20	21.6
58	2.5	20	11.8
59	5.0	20	9.2
60	5.0	0	12
61	10.0	0	5.8

* DGENG はネオペンチルグリコールのジグリシジルエーテルである。

実施例 62-68

硬化剤として 1,4-ブタンジオールのジグリシジルエーテル (DGBD) を使用して実施例 36-44 の方法を繰り返した。その結果は第 VIII 表中に示す。

第 VIII 表

実施例	重量% DGBD	重量% アセトン	吸収力
62	0.15	0	59.8
63	0.20	0	44.6
64	0.5	20	21.8
65	1.0	20	20.2
66	5.0	20	7.6
67	5.0	0	9.2
68	10.0	0	6.4

実施例 69

次の組成を有する3つの混合物を造つた。

A 部分	B 部分	C 部分
478.0 g 脱イオン水	338 g アクリル酸エチル	150 g 脱イオン水
0.6 g 界面活性剤*	57 g アクリル酸2-ヒドロキシエチル	2.3 g 重亜硫酸ナトリウム
2.1 g 過硫酸ナトリウム	28 g メタクリル酸	
	8.4 g アクリル酸	
	3.1 g 三級-ドデシルメルカプタン	

* ジオクチルナトリウムサルホキシネート (Triton GR-5)。
A 部分を2ℓ反応器に入れそして激しく攪拌を流しながら40℃に温めた。18mlのB部分をこの反応器に加え続いてC部分の全部を加えた。温度を39-41℃に維持しながらさらに2.5時間に亘つてB部分の残りを加えた。このラテックスを次いで40℃で15時間蒸発し、30℃に冷やしそして瓶に貯えた。このラテックスは39.5%の不揮発分を含んでいた。

上記で造つた400gのラテックスを120g

特開 昭50-82143(12)

の脱イオン水に溶かした水酸化ナトリウム20gと75℃において混合し30%ポリマー溶液を造りこれは31.4重量%のアクリル酸およびメタクリル酸ナトリウムであつた。上の溶液10gに30mgのグリセリンジグリシジルエーテル(ポリマーの重量に対し1.0%の硬化剤)を混ぜた。25ミルの引き棒を使用して鏡面-仕上げのクロウム板上にシートを注形し、空気乾燥し、そして70℃で15.5時間および90℃で0.5時間伊中硬化を行なつた。このポリマーシートはそれ自身の重量の2.3倍の合成尿(0.27N NaCl 溶液)を上記吸収力試験において吸収した。

実施例 70-75

水酸化ナトリウムおよび硬化剤の量を変えて実施例の方法を繰り返した。その結果は実施例69と共に第Ⅱ表中に示す。

第Ⅱ表

実施例	モル% E.A.	重量% 硬化剤*	吸収力**	フィルム [†] の性質
69	60.6	1.0	23	極めて軟か
70	42.7	0.15	70	幾分軟か
71	47.0	0.15	41	軟か
72	52.0	0.15	35	極めて軟か
73	42.7	0.25	29	幾分軟か
74	47.0	0.25	34	軟か
75	52.0	0.25	22	極めて軟か

E.A. = アクリル酸エチル
全実施例中に8モル%のアクリル酸と2ヒドロキシエチルが存在する。
* グリセリンジグリシジルエーテル
** ポリマー1gにつき0.27N NaClのg数

これらの実施例は軟かさと吸引力とは逆の関係にあることを示す。これらの実施例の最良の至るところによい製品は約50%の残留アクリル酸エステルを含みそして約0.15重量%のグリセリンジグリシジルエーテルで交叉結合させたものである。

実施例 76

下記のモノマー混合物、およびより少ない開始剤を使用しそして分子量上げるためにマーカプタン連鎖停止剤なしで実施例69を繰り返した。

A 部分	B 部分	C 部分
600 g 脱イオン水	437.5 g アクリル酸エチル	175 g 脱イオン水
0.75 g triton GR-5	77.2 g メタクリル酸	2.0 g 重亜硫酸ナトリウム
1.75 g 過硫酸ナトリウム		

重合は60℃で実施しそして40.6%不揮発分のラテックスを生じた。

50% NaOH を547.9gの脱イオン水に溶か

した187.16gの溶液をゆるく撹拌する中に上記ラテックス1125gを小流にして25分間に加えた。ポリマーが全部溶解した後に、粘稠溶液を55℃に22時間熱して酸化を完結させた。その結果得られた溶液(25.4%固体)は25℃においてブルックフィールド粘度16,200cpa(5番スピンドル、毎分10回転)を有していた。このポリマーはモルで50%のアクリル酸エテルと残余はアクリル酸およびメタクリル酸ナトリウムであつた。

上の溶液32gを16mm(0.2重量%)のグリセリンジグリシジエーテルと配合しそして25ミルの引き棒によつて磨いたクロウム板の上に注形した。空気乾燥の後、このフィルムを板から取り上げそして150℃の炉中に入れた。20分の硬化後0.27N NaCl中のこのフィルムの吸収力(ゲル容量)は1gのポリマーにつき64g溶液であつた。このフィルムは炉から出して直ぐ強くそして柔軟でありそして引裂くためには折り目を必要とした。

ムの量を変えて実施例76のラテックスを造りそして硬化させた。各溶液の8gをグリセリンジグリシジエーテルの異つた量と配合した。次いでフィルムを磨いたクロウム板上に注形し、14時間空気乾燥し、そして炉中150℃で2時間硬化させた。上記したようにして吸収力を測定しそして45%関係湿度における軟かさを記録した。これらの結果は第Ⅱ表中に示される。

第Ⅱ表

実施例	モル% E.A.	重量% G.D.E.	吸収力	軟かさ
81	55	0.2	44.4	軟か
82	52	0.2	48.8	軟か
83	50	0.2	49.6	幾分軟か
84	40	0.2	57.2	もろい
85	55	0.175	52.4	軟か
86	52	0.175	58.8	軟か
87	50	0.175	58.4	幾分軟か
88	40	0.175	60.0	もろい

E.A. = アクリル酸エテル

G.D.E. = グリセリンジグリシジエーテル

実施例76で造つた8gの酸化した溶液を種々の量の1,3-ジクロロイソプロパノールと混合しそして実施例76の方法でこれらの混合物からフィルムを注形しそして硬化させた。このフィルムのゲル容量は第Ⅲ表中に示す。

第Ⅲ表

実施例	D.O.I.P.のMg	重量% D.O.I.P. 交叉結合剤	吸収力*
77	10	0.5	60
78	12	0.6	46
79	14	0.7	40
80	16	0.8	33

D.O.I.P. = 1,3-ジクロロイソプロパノール

*ポリマー1gにつき0.27N NaClのg数

これらの実施例はD.O.I.P.を使用する交叉結合剤の最適水準は硬化されるべきポリマーの0.5重量%近くであることを示す。

実施例81-88

アクリル酸ナトリウムの含有量を変えするために実施例77に示した方法によつて水酸化ナトリウ

これらの実施例はコポリマーの非転換アクリル酸エテル部分は吸収力に著しい損失を与えずに52モル%まで増加させることが可能でそして望ましい軟かい製品が得られることを示す。

実施例89

次の組成を有する3混合物を造つた：

A部分

230g脱イオン水

0.3g Triton GR-5

1.0g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ (過硫酸ナトリウム)

10.0g イタコン酸

B部分

20gメタクリル酸

170gアクリル酸エテル

C部分

70g脱イオン水

1.25g NaHSO_3

A部分を2ℓ反応器に入れそして激しく攪混を流しながら60℃に熱した。次いで20mlのB部分を加え続いてC部分の全部を加えた。B部分の

残りを60℃で1時間に亘つて連続的に加えた。
このラテックスをこの温度で1時間蒸着して40.6
%の不揮発分を有する最終ラテックスを得た。

次いで100gの上記ラテックスを50%水酸化
ナトリウム水溶液および49.1gの脱イオン水
と混合しそして55℃で約10時間加熱し52モ
ル%のアクリル酸エチルを含む高分子電解質の
25%溶液を与えた。この高分子電解質はまた次
のものを有すると計算された。

51重量%のアクリル酸エチル

30重量%のアクリル酸ナトリウム

12.3重量%のメタクリル酸ナトリウム

6.5重量%
イタコン酸二ナトリウム

3%

20gの上記高分子電解質を45gの水および
7.5g(0.15%)のグリセリンジグリシジルエ
ーテルと配合した。25ミルの引き棒を用いて鏡
面仕上げクロウム板の上にフィルムを圧形しそし
てこのフィルムを室温で6.5時間空気乾燥し次い
で炉中：50℃で16.5時間硬化させた。最終の

硬化フィルムの吸収力は合成尿による上記の吸収
力試験において1gのポリマーにつき41gであ
つた。

実施例89は重合処方および方法は著しく変え
ることが可能であるがしかしなお高吸収剤ポリマ
ーの製造を可能にすることを示す。

代理人 浅 村 皓

外3名

6. 添付書類の目録

(1) 願 書 調 本	1通	(4) 委任状及び其の訳文	各1通
(2) 明 願 書	1通	(5) 優先権主張書及び其の訳文	1通
(3) 特 許 出 願 書	1通	(6)	1通

7. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発 明 者

(2) 出 願 人

(3) 代 理 人

居 所 〒100 東京都千代田区大手町二丁目2番1号
新 大 手 町 ビ ル デ ィ ン グ 3 3 1
電 話 (211) 3 6 5 1 (代 表)
氏 名 (7204)弁理士 浅 村 肇
居 所 同
氏 名 (6926)弁理士 寺 崎 孝 一
居 所 同
氏 名 (6772)弁理士 西 立 人

